

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-60272

(P2002-60272A)

(43) 公開日 平成14年2月26日 (2002.2.26)

| (51) Int.Cl. ⁷ | 識別記号 | F I | テマコード [*] (参考) |
|---------------------------|-------|---------------|-------------------------|
| C 0 4 B 35/52 | | B 2 7 K 3/38 | 2 B 2 3 0 |
| B 2 7 K 3/38 | | 5/00 | F 4 G 0 3 2 |
| 5/00 | | C 0 1 B 31/02 | 1 0 1 A 4 G 0 4 6 |
| C 0 1 B 31/02 | 1 0 1 | C 0 4 B 35/52 | A |

審査請求 有 請求項の数 2 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願2000-248103 (P2000-248103)

(22) 出願日 平成12年8月18日 (2000.8.18)

(71) 出願人 591005453

青森県

青森県青森市長島1丁目1番1号

(72) 発明者 岡部 敏弘

青森県弘前市大字宮園4丁目5-11

(72) 発明者 廣瀬 孝

青森県弘前市大字城西4丁目7-4

(72) 発明者 山本 良一

千葉県流山市富士見台1丁目367-120

(72) 発明者 伏谷 賢美

東京都日野市三沢2丁目61-10

(74) 代理人 100089406

弁理士 田中 宏

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 植物系液化物を用いたウッドセラミックスの製造方法

(57) 【要約】

【課題】 植物系原料より得た液化物及び天然の植物系原料を使用してウッドセラミックスを製造する方法を提供する。

【構成】 植物系原料より得た液化物を植物系材料に含浸し、無酸素雰囲気中で焼成することを用いたウッドセラミックスの製造方法である。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】植物系材料より得た液化物を植物系材料に含浸し、無酸素雰囲気中で焼成することを以てしたウッドセラミックスの製造方法

【請求項 2】前記植物系材料より得た液化物が植物系原料とフェノール化合物類を混合加熱して液化化したものである請求項 1 記載のウッドセラミックスの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、例えば電極基材、ヒーター、電磁シールド材、クラッチ板、軸受け材、湿度センサー、温度センサー、フィルター、道路用遠赤外線放射骨材等に用いられる植物系液化物を用いたウッドセラミックスの製造方法に関する。

【0002】

【従来技術及び発明が解決する課題】従来より木材又は木質材料の炭化物の一種であるウッドセラミックは、電極基材、湿度センサー、温度センサー、フィルター、道路用遠赤外線放射骨材等に用いられていることは知られている。そして、その製造方法としては、木材、木質材料、古紙ボード等に石油系フェノール樹脂を含浸し、無酸素下で焼成することによって製造している。そして、本発明者は先にウッドセラミックの特性を高め、高収率で得る為に種々検討した結果、木材の切削片若しくは破砕片にフェノール樹脂を含浸、硬化させた後、高温で炭化することにより硬質で割れや狂いが少なく、原料木材の多孔質構造を残し、通電材料、電子機器内の電磁シールド材、航空宇宙材料、原子力用材等の用途に供される可能性を有する硬質炭素製品（ウッドセラミックス）を高収率で得られることを見出した（特許第 2552577）。しかし、ウッドセラミックを製造する際、石油系フェノール樹脂を含浸させると、焼成時に遊離ホルマリンが発生し環境上好ましくなく、又、このようにして得られたウッドセラミックを処理するに当たっては、より多く植物系廃棄物を使用できるかどうかという廃棄物処理能力の点において欠けるきらいがある。

【0003】一方、木材などのリグノセルロース物質をフェノール類化合物に加えて混合、加熱する事によって木材を液化物とし、これをプラスチックや繊維、接着剤の原料として使用すべく種々検討されているが、この原料を炭化し、新たな用途開発を行うことについては未だ十分な研究がなされていない。このような状況の下において、この木材液化物を木材、木質材料に含浸し、焼成したところ、寸法安定性、電気的特性について優れた特性を有するウッドセラミックを得ることを見だし、本発明を完成したもので、本発明の目的は、石油系フェノール樹脂を使用することなく、天然材料を原料として寸法安定性、電気的特性の優れたウッドセラミックスの製造方法を提供する。

【0004】

【課題を解決するための手段】本発明の要旨は、植物系材料より得た液化物を植物系材料に含浸し、無酸素雰囲気中で焼成することを以てしたウッドセラミックスの製造方法である。そして、前記植物系材料より得た液化物とは植物原料とフェノール類化合物を混合加熱して木粉を液化化したものを使用することが好ましい。本発明は原料である被含浸物が植物系材料であり、又、含浸物が植物系原料より得たものであるもので、環境の点から見て好ましい材料ということが出来る。

【0005】

【発明の実施の形態】本発明について詳細に述べる。本発明で使用する被含浸物である植物系材料としては、ウッドセラミックスに使用されている原料は何れも使用可能であり、例えば、木材、木質材料、古紙ボード等を挙げることが出来る。又、含浸材料である植物系液化物は植物系原料をフェノール類化合物存在下で液化化したものを使用する。ここで使用する植物系原料としては、木材、古紙、パルプ原料、米糠、アシ、エスパルト、ジュート、ドイツリント、タケ、麻、わら、ケナフ、ササ、バガス、リンゴ、米、大豆等の植物原料であれば何れでもよいが、特に本発明では紙原料を使用することが好ましい。即ち、紙原料はセルロースであるので、極めて簡単に液化物となりやすく、含浸する際に浸透性等の特性を有するので植物原料として好適である。液化物製造の際に使用する際のフェノール類化合物としては、フェノール、*o*-クレゾール、*m*-クレゾール、3, 5-キシレノール、2, 3-キシレノール、カテコール、レゾルシノール等を挙げることができる。液化物製造としては、上記植物系原料と前記フェノール類化合物とを硫酸などの酸の触媒存在下、約 200℃～300℃の温度範囲、好ましくは約 250℃程度に加熱して得ることができ、得られた液化物は熱可塑性の樹脂状であって冷却によって硬化する。更に、植物系原料を液化するに使用するフェノール類化合物としては、該化合物を含有する木酢油やパルプ廃液から回収されるアルカリリグニンを使用することができる。木酢油は木材等を乾留することによって得られる木タールを減圧蒸留したもので、主としてクレオソートを含有するものである。また、パルプ廃液に排煙ガス或いは酸を加えて pH を 8. 2 迄下げるとリグニンが沈殿してくるので、加熱後、分離し、これを熱水に再溶解し、熱稀硫酸で再沈殿させ、濾過、洗浄する事によってアルカリリグニンが得られ、フェノール類化合物を含有する。これらは何れも植物系原料を液化するのに有用なフェノール類化合物である。一例として、木酢油を用いた木材の液化として木酢油 35 g、竹パルプ 2. 34 g、硫酸 0. 5 g を混合し、加熱すると、約 10 分後、木材液化物が得られる。

【0006】得られる液化物は熱可塑性であり、冷却すると硬化する粘稠な液状物である。従って、これを植物系材料に含浸させるに際しては、例えばエタノールなど

の溶媒で希釈して行う。希釈割合としては木材液化物とエタノールを重量比で2:1~1:1である。1:1以上のエタノール割合の増加はコストの問題により好ましくない。含浸手段としては従来のウッドセラミックスの製造方法と異ならず、例えば真空ポンプ等により減圧注入する等の手段で行う。含浸量としては植物系材料に対して30~70重量%の割合で行う。液化物を含浸させた木材、木質材料、古紙ボードなどを加圧成形手段として上下定盤の間に挟み圧縮して行い、その加圧条件としては0.01~0.40Kg/cm²であり、また、
10 焼成炭化手段としては非酸化雰囲気下で焼成温度400~2000℃である。

【0007】

【実施例】次に実施例をもって更に具体的に説明する。本発明においては実施例として植物系原料より得た液化物を植物系材料に含浸し、これを炭化した所謂天然物を主体とするウッドセラミックであり、これが従来品、無含浸炭化物の三者について、特性を対比した。

実施例1

植物系材料として広葉樹を原料とした中質繊維板（厚さ 20 14.7mm、密度0.58）なお、この繊維板をMD Fという）に植物液化物を含浸させた。使用した植物液化物は木粉とフェノールを1:3の割合で混合したものに98%硫酸を4%加え、250℃で加熱して製造し、

平面方向寸法収縮率

| 焼成温度 | 400℃ | 500℃ | 650℃ | 800℃ |
|------|------|------|------|------|
| A | 13.9 | 17.5 | 21.9 | 24.7 |
| B | 10.0 | 14.0 | 18.0 | 21.0 |
| C | 18.8 | 18.9 | 23.5 | 25.6 |

【表2】

厚さ方向寸法収縮率

| 焼成温度 | 400℃ | 500℃ | 650℃ | 800℃ |
|------|------|------|------|------|
| A | 25.5 | 27.8 | 33.8 | 35.6 |
| B | 25.0 | 30.0 | 32.0 | 35.0 |
| C | 32.5 | 34.2 | 37.6 | 39.5 |

【0009】

重量残存率

| 焼成温度 | 400℃ | 500℃ | 650℃ | 800℃ |
|------|------|------|------|------|
| A | 46.3 | 41.2 | 36.1 | 33.8 |
| B | 62.0 | 48.0 | 42.0 | 40.0 |
| C | 34.7 | 31.3 | 27.5 | 26.1 |

【表4】

これを木材液化物：エタノール=1:1に希釈したものである。含浸手段としては真空デシケーター中で10分減圧後、真空状態で2時間放置して行った。得られた含浸物を焼成炭化した。焼成炭化には東海高熱工業（株）製圧縮型ウッドセラミックス製炭装置にて真空雰囲気、昇温速度1℃/min、最高温度での保持時間2時間の条件で、400℃、500℃、650℃、及び800℃の4種類の焼成温度を設定して行った。この製品をAという。比較のため上記の植物系液化物に変えて石油系フェノール樹脂を含浸させ全く同様の操作を行った。この製品をBという。又、何らの化合物もしくは樹脂を含浸することなく同様の操作を行って製品を得た。これをCという。

A：本発明に係るもの（中質繊維板に植物系液化物を含浸させたウッドセラミックス

B：従来品（中質繊維板に石油系フェノール樹脂を含浸させたウッドセラミックス

C：炭化物（中質繊維板を未含浸で焼成したもの）

対比した特性は、平面方向寸法収縮率、厚さ方向寸法収縮率、重量残存率、密度変化、圧縮強度、体積固有抵抗率及び比表面積である。

【0008】

【表1】

【表3】

密度変化

| 焼成温度 | 400℃ | 500℃ | 650℃ | 800℃ |
|------|------|------|------|------|
| A | 0.69 | 0.70 | 0.74 | 0.77 |
| B | 0.68 | 0.69 | 0.78 | 0.81 |
| C | 0.44 | 0.42 | 0.43 | 0.45 |

【0010】

【表5】

圧縮強度

| 焼成温度 | 400℃ | 500℃ | 650℃ | 800℃ |
|------|------|------|------|------|
| A | 14.3 | 15.5 | 22.1 | 29.5 |
| B | 10.0 | 15.0 | 20.0 | 24.0 |
| C | 6.4 | 5.1 | 5.9 | 8.6 |

【表6】

体積固有抵抗率

| 焼成温度 | 400℃ | 500℃ | 650℃ | 800℃ |
|------|--------------------|--------------------|-----------------------|-----------------------|
| A | 54.1×10^9 | 12.7×10^8 | 77.9×10^{-1} | 61.9×10^{-3} |
| B | 10.0×10^9 | 10×10^6 | 10×10^1 | 10×10^{-3} |
| C | 97.7×10^9 | 88.7×10^6 | 17.6×10^0 | 22.7×10^{-3} |

【0011】

【表7】

比表面積

| 焼成温度 | 400℃ | 500℃ | 650℃ | 800℃ |
|------|------|-------|-------|-------|
| A | 12.0 | 97.5 | 337.0 | 205.0 |
| B | 4.5 | 146.7 | 360.5 | 333.4 |
| C | 33.9 | 254.6 | 284.2 | 307.0 |

以上の結果を五段階評価すると次の通りである。

【表8】

【0012】

材料の評価

| | 作業性 | 収縮率 | 残存率 | 密度変化 | 強度 | 電気抵抗 |
|---|------|-----|---------|--------|-----|------|
| A | 4 | 4 | 4 | 5 | 5 | 5 |
| B | 4 | 4 | 4 | 5 | 4 | 5 |
| C | 5 | 2 | 2 | 3 | 2 | 3 |
| | 比表面積 | コスト | 廃棄物処理能力 | エコロジー性 | 将来性 | 合計 |
| A | 5 | 4 | 5 | 5 | 5 | 51 |
| B | 5 | 4 | 3 | 4 | 3 | 45 |
| C | 4 | 5 | 3 | 5 | 2 | 36 |

【0013】得られた製品A及びCについて、寸法、重量変化、圧縮試験、及び、体積固有抵抗率を図に示した。

【0014】実施例2木材液化物とエタノール（希釈剤）の比率を2：1として点以外は実施例1と同様の操作を行って製品を製造した。得られた製品は表面に発泡痕が見られたので、寸法、圧縮強度等の測定は行わなかった。

【0015】

【発明の効果】以上述べたように、本発明では植物系材料を用い、これに植物系原料より得た植物液化物を含

浸、焼成して得たウッドセラミックスなので、所謂原料を天然物に仰いだエコロジー製品と言うことが出来、得られた製品は従来のウッドセラミックスに遜色のない特性を有する。

【図面の簡単な説明】

【図1】焼成温度と長さ方向収縮率との関係を示す。

【図2】焼成温度と幅方向収縮率との関係を示す。

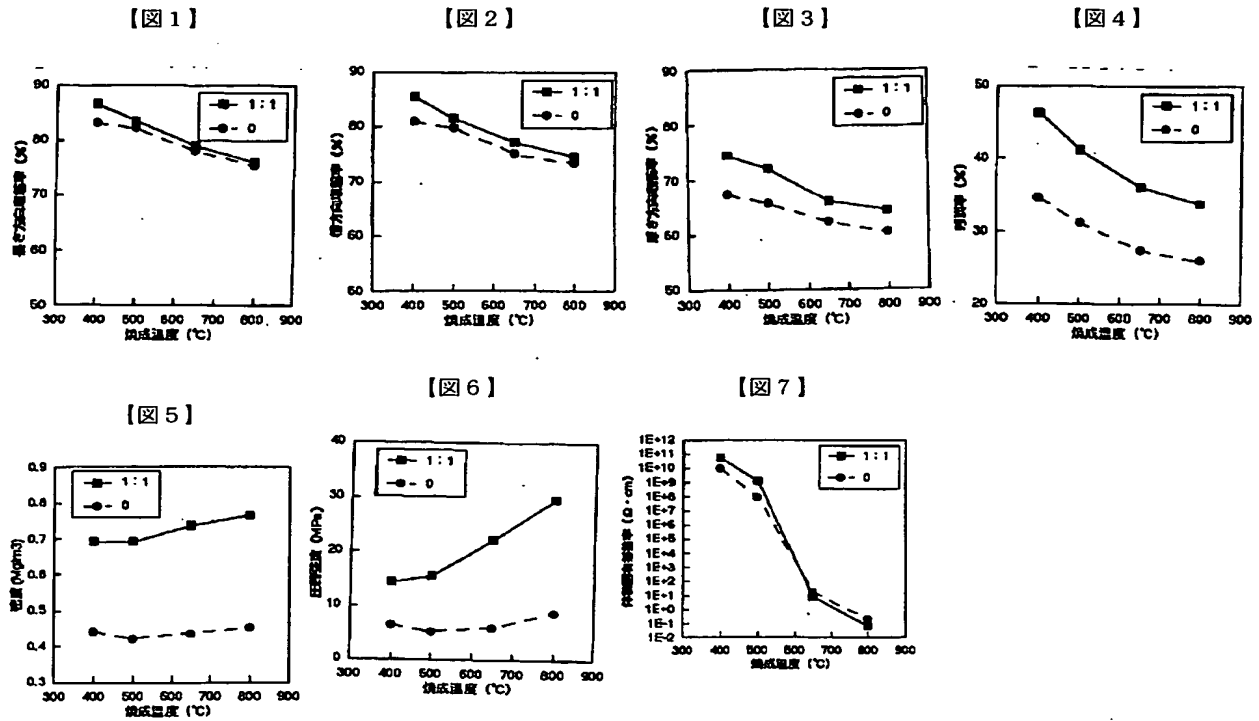
【図3】焼成温度と厚さ方向収縮率との関係を示す。

【図4】焼成温度と残炭率との関係を示す。

【図5】焼成温度と密度との関係を示す。

【図6】焼成温度と圧縮強度との関係を示す。

【図7】焼成温度と体積固有抵抗率との関係を示す。



フロントページの続き

(72)発明者 吉村 昌弘
神奈川県綾瀬市寺尾中1丁目6-12

Fターム(参考) 2B230 AA30 BA01 CB02 CB06 EA20
EB02 EB05
4G032 AA01 BA02 BA04 BA05 GA12
4G046 CA04 CB01 CB08 CC02